

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 05306192  
PUBLICATION DATE : 19-11-93

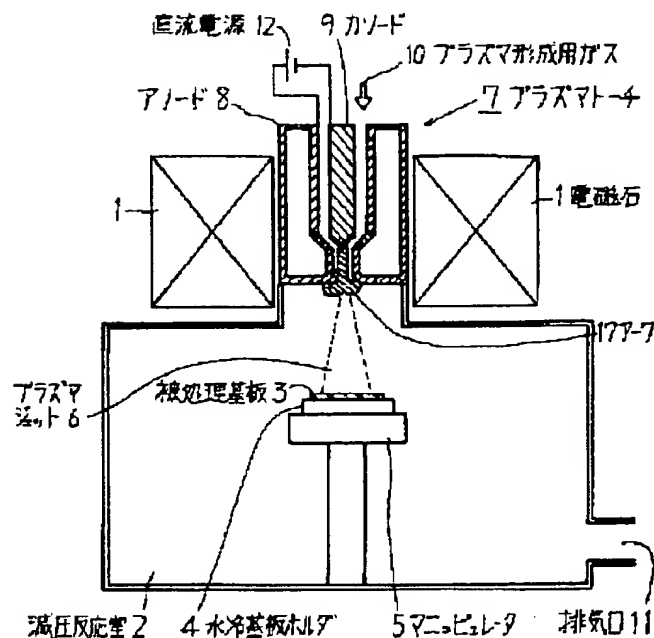
APPLICATION DATE : 07-05-92  
APPLICATION NUMBER : 04113852

APPLICANT : FUJITSU LTD;

INVENTOR : KURIHARA KAZUAKI;

INT.CL. : C30B 29/04

TITLE : METHOD AND DEVICE FOR  
SYNTHESIZING DIAMOND FILM



ABSTRACT : PURPOSE: To enhance purity and the stability of arc discharge and to improve the controllability of conditions in synthesis by applying a magnetic field in the axial direction of a plasma torch and rotating the arc generating anode site of the torch.

CONSTITUTION: A water-cooled substrate holder 4 with a mounted substrate 3 to be treated is fixed on a manipulator 5 movable in three axial directions and this manipulator 5 is installed in a vacuum reaction chamber 2 with an exhaust port 11. Gas 10 for forming plasma is fed into a plasma torch 7 and the reaction chamber 2 is evacuated from the exhaust port 11 by working an exhaust system. Voltage is then impressed between the anode 8 and the cathode 9 of the plasma torch 7 on the reaction chamber 2 to cause arc discharge. By this arc discharge, the gas 10 is converted into plasma and a plasma jet 6 is formed. A magnetic field is applied in the axial direction of the torch 7 with electromagnets 1, the arc 17 generating anode site of the torch 7 is rotated and diamond is synthesized on the substrate 3.

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&Japio

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-306192

(43) 公開日 平成5年(1993)11月19日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>  
C 3 0 B 29/04

識別記号 庁内整理番号  
C 7821-4G

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数4(全4頁)

(21) 出願番号 特願平4-113852

(22) 出願日 平成4年(1992)5月7日

(71) 出願人 000005223

富士通株式会社

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

(72) 発明者 栗原 和明

神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

富士通株式会社内

(74) 代理人 弁理士 井桁 貞一

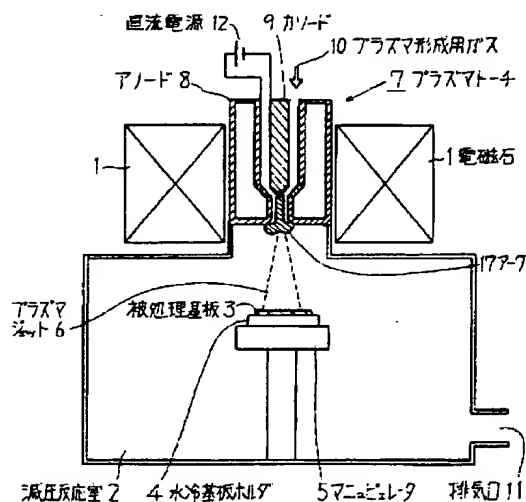
(54) 【発明の名称】 ダイヤモンド膜の合成方法および装置

(57) 【要約】

【目的】 被処理基板へのダイヤモンド膜の合成方法に関し、純度の向上と放電の安定性の向上を目的とする。

【構成】 DCプラズマジェットCVD法により基板上にダイヤモンドの合成を行なう際に、アークが生じるプラズマトーチの軸方向に磁場を印加し、前記アークが生ずる陽極点を回転させることを特徴としてダイヤモンド膜の合成方法を構成する。

本発明を実施したダイヤモンド膜合成装置の構成図



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 DCプラズマジェットCVD法により基板上にダイヤモンドの合成を行なうに当たり、アークが生じるプラズマトーチの軸方向に磁場を印加し、前記アークが生ずる陽極点を回転させることを特徴とするダイヤモンド膜の合成方法。

【請求項2】 前記磁場の印加が電磁石によることを特徴とする請求項1記載のダイヤモンド膜の合成方法。

【請求項3】 前記磁場の印加が永久磁石によることを特徴とする請求項1記載のダイヤモンド膜の合成方法。

【請求項4】 排気系を備えた減圧反応室(2)の中に、被処理基板(3)を載置する水冷基板ホルダ(4)を三軸方向に移動可能とするマニピュレータと、直流アーク放電によりプラズマジェット(6)を発生させる非移行式のプラズマトーチ(7)の該トーチ部とを少なくとも備え、共に、該トーチの放電部を開けて磁石(1,14)を配置して構成されていることを特徴とするダイヤモンド膜の合成装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は気相合成によるダイヤモンド膜の合成方法とその装置に関する。ダイヤモンドは炭素(C)の同素体であり、所謂ダイヤモンド構造を示し、ビッカース硬度は10,000Kg/mm<sup>2</sup>と大きく、また、熱伝導度は2000W/mkと他の材料に較べて格段に優れており、また、バルクを伝播する音速は18,000m/sと他の材料に較べて格段に速いなどの特徴をもっている。

【0002】 そのため、この性質を利用して各種の用途が検討されているが、このうち熱伝導度の高いのを利用して半導体素子のヒートシンク(Heat-sink)の構成材としての利用が考えられている。

【0003】 また、工具への耐磨耗性コーティング、スピーカーの振動板への利用、光学部品の透明コーティングなどへの利用が検討されている。

## 【0004】

【従来の技術】 ダイヤモンドの気相合成法としてはマイクロ波プラズマ気相成長法(略してマイクロ波プラズマCVD法)、熱フィラメント法、燃焼炎法など多くの方法が実用化されているが、何れの方法も被処理基板上に微結晶の形でダイヤモンド膜を成長させている。

【0005】 ここで、発明者等が開発したDCプラズマジェットCVD法(特開昭64-33096)はアノードとカソードの間から水素(H<sub>2</sub>)と炭化水素例えばメタン(CH<sub>4</sub>)との混合ガスを反応室に供給すると共に排気系を動作して反応室内を減圧した状態でアノードとカソードの間にアーク放電を生じさせ、混合ガスを分解させてプラズマ化させると、炭素プラズマを含むプラズマジェットは被処理基板に衝突し、微結晶からなるダイヤモンド膜が成長する方法である。

【0006】 さて、先に記したような用途に気相合成ダ

イヤモンドを利用する場合、ダイヤモンドの合成速度が大きくなることが製造コストを低減させる上で重要であり、この点でDCプラズマジェットCVD法は100 μm/h以上の高い成膜速度を得ることから、優れた方法とすることができる。

【0007】 然し、この方法は直流アーク放電を利用していることから、電極材が不純物としてダイヤモンドの中に混入し易く、また放電が不安定で再現性が良くないことが問題として挙げられている。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】 発明者等が開発したDCプラズマジェットCVD法はダイヤモンド膜の成膜速度が100 μm/h以上と速く、優れた方法と言える。

【0009】 然し、電極材がダイヤモンド膜中に混入すること、放電が不安定で再現性が良くないことが問題である。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】 上記の課題はDCプラズマジェットCVD法により基板上にダイヤモンド膜の合成を行なう際に、アークが生じるプラズマトーチの軸方向に磁場を印加し、アークが生ずる陽極点を回転させることを特徴としてダイヤモンド膜の合成方法を構成することにより解決することができる。

## 【0011】

【作用】 図1は本発明に係るDCプラズマジェットCVD装置の構成を示す断面図であるが、電磁石1のある部分を除いて従来の変わらない。

【0012】 すなわち、減圧反応室2の中に被処理基板3を水冷基板ホルダ4の上に載置し、三方向に移行させるマニピュレータ5がある。また、減圧反応室2の上部にはプラズマジェット6を形成するためのプラズマトーチ7が設けられている。

【0013】 すなわち、アノード8とカソード9があり、この間を通過してダイヤモンドを合成するプラズマ形成用ガス10が供給される。また、減圧反応室2の下端には排気系につながる排気口11がある。

【0014】 ここで、被処理基板3の上にダイヤモンド膜の成長を行なうにはプラズマ形成用ガス例えばH<sub>2</sub>とCH<sub>4</sub>との混合ガスをプラズマトーチ7に供給すると共に排気系を動作させて排気口11より排気し、減圧反応室2を減圧した状態で直流電源12より電圧を印加し、アノード8とカソード9との間でアーク放電を行なわせてプラズマ形成用ガス10をプラズマ化し、両極間から噴射させてプラズマジェット6を作る。

【0015】 そして、このプラズマジェット6は被処理基板3に当たり微結晶からなるダイヤモンド膜が成長している。ここで、従来はアノード8とカソード9との間の放電は均一に生じているわけではなく、放電が生じ易いアノード8の陽極点とカソード9との間で生じ、この陽極点は電極の消耗と共に不規則に移動し、この際にア

ーク17の状態も変化するために安定したプラズマジェット6が得られなかった。

【0016】そこで、本発明は磁場をプラズマトーチ7の軸方向に印加することによりローレンツ力により放電を生ずる陽極点を回転させるものである。すなわち、任意の時点においてはアノード8にある陽極点とカソード9との間にアーク17が走っているが、電磁石1により軸方向に磁場を印加すると、陽極点に近い磁束を横切るアーク部にフレミングの左手法則による方向に力が加わり、アーク17はその方向に回転することになる。

【0017】そのため、プラズマトーチ7の軸方向に磁場を印加しておくと、アークを生ずる陽極点は常に回転するため安定したプラズマジェットを得ることができる。また、磁場のエネルギーによりプラズマのエネルギー密度が上がるためにダイヤモンドの成膜速度も向上する。

【0018】更に、ローレンツ力により荷電粒子は磁力線に沿って進もうとするためにアーク放電部から離れた所での発散磁界によりプラズマが広がることから、成膜面積が大きくなり、膜質の均一性も向上させることができる。

【0019】次に、磁石は電磁石でなく永久磁石を用いることもでき、この場合、保磁力の高いNd-Fe-CoやSm-Co系磁石の使用が適している。また、設置場所としては水冷が行なわれているアノードの中で放電の生ずる先端部に置くことが好ましい。

【0020】

【実施例】

実施例1：（電磁石を使用、図1関連）

電磁石1はプラズマトーチ7の周りに水冷コイルを設けて形成し、アノード8とカソード9の間で放電が生ずる陽極点の付近で磁束密度が最大となるようにした。

【0021】まず、被処理基板として20×20×5mmのMo板を用い、水冷基板ホルダ4の上に設置し、減圧反応室2を0.01 Torr 以下に排気した後、プラズマガスとしてH<sub>2</sub>を50リットル/分、CH<sub>4</sub>を1リットル/分の流量で供給し、直流電源12より200 Vを印加してアーク放電させた。

【0022】アーク電流は100 Aである。次に、電磁石1に通電して中心部の磁束密度を1000 Gaussとした。また、排気系により減圧反応室2の圧力を50 torr に保ち、マニピュレータ5により被処理基板3をプラズマトーチ7に近づけ、基板表面温度が1000℃になるようにセットし、この状態で1時間に亘ってダイヤモンドの合成を行ない、アーク電圧の変動と基板温度の変化を測定した。

【0023】また、合成したダイヤモンドを走査電子顕微鏡（SEM）で観察すると共に二次イオン質量分析計で不純物濃度を測定した。その結果、アーク電圧の変化は1%以下であり、基板温度の変化は±5℃以下であった。

【0024】また、合成したダイヤモンドの膜厚は250 μm であり、これから成膜速度は250 μm /hであった。また、膜厚が中心部の80% (200 μm ) となるまでの中心からの距離は約10mmであった。

【0025】また、電極材であるWとCuの濃度は0.1ppm 以下であった。

実施例2：（永久磁石を使用、図2関連）

図2はリング状の永久磁石14をアノード15の水冷部に設置したプラズマトーチ16の断面構造を示しており、これを除く合成装置の構成は図1と変わるところはない。

【0026】ここで、永久磁石14としてはNd-Fe-Co系を使用した。実験法としては、20×20×0.5mmのSiウエハを基板とし、水冷基板ホルダの上に設置し、減圧反応室を0.01 Torr 以下に排気した後、プラズマガスとしてH<sub>2</sub>を50リットル/分、CH<sub>4</sub>を1リットル/分の流量で供給し、直流電源より200 Vを印加してアーク放電させた。

【0027】アーク電流は100 Aである。次に、排気系により減圧反応室の圧力を50 torr に保ち、マニピュレータにより被処理基板をプラズマトーチ16に近づけ、基板表面温度が1000℃になるようにセットし、この状態で1時間に亘ってダイヤモンドの合成を行ない、アーク電圧の変動と基板温度の変化を測定した。

【0028】また、合成したダイヤモンドをSEMで観察すると共に二次イオン質量分析計で不純物濃度を測定した。その結果、アーク電圧の変化は1%以下であり、基板温度の変化は±5℃以下であった。

【0029】また、合成したダイヤモンドの膜厚は220 μm であり、これから成膜速度は220 μm /hであった。また、膜厚が中心部の80% (180 μm ) となるまでの中心からの距離は約8mmであった。

【0030】また、電極材であるWとCuの濃度は0.1ppm 以下であった。

比較例1：図1の装置で電磁石1に通電しない以外は実施例1と同様にしてダイヤモンドの合成を行なった。

【0031】すなわち、被処理基板として20×20×5mmのMo板を用い、プラズマガスとしてH<sub>2</sub>を50リットル/分、CH<sub>4</sub>を1リットル/分の流量で供給し、直流電源12より200 Vを印加してアーク放電させた。

【0032】アーク電流は100 Aである。そして、マニピュレータ5により被処理基板3をプラズマトーチ7に近づけ、基板表面温度が1000℃になるようにセットし、この状態で1時間に亘ってダイヤモンドの合成を行なった。

【0033】その結果、アーク電圧の変化は約5%であり、基板温度の変化は±30℃、合成したダイヤモンドの膜厚は200 μm であり、これから成膜速度は200 μm /hであった。

【0034】また、膜厚が中心部の80% (160 μm ) となるまでの中心からの距離は約7mmであった。また、電極材であるWとCuの濃度は数ppm検出された。

【0035】

【発明の効果】DCプラズマジェットCVD法のアーク放電部の軸方向に磁場を印加し、陽極点を強制回転させる本発明の実施により放電の安定性が増し、放電電圧や基板温度などの合成条件の制御性が良くなり、また合成の再現性と信頼性が向上した。

【0036】また、電極の消耗が減り、ダイヤモンドの純度が向上すると共に合成速度も増すことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明を実施したダイヤモンド膜合成装置の構成図である。

【図2】本発明を実施したプラズマトーチの構成図であ

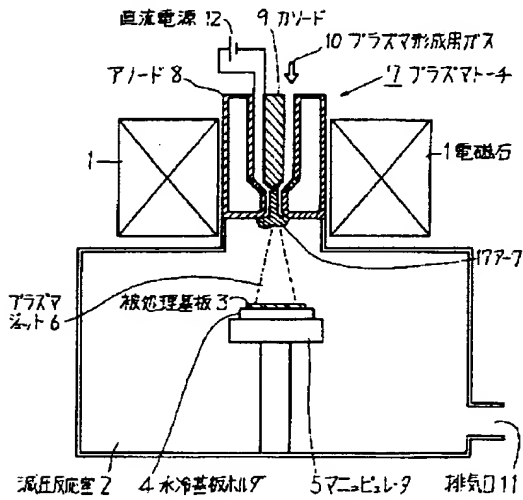
る。

【符号の説明】

- |       |           |
|-------|-----------|
| 1     | 電磁石       |
| 6     | プラズマジェット  |
| 7, 16 | プラズマトーチ   |
| 8, 15 | アノード      |
| 9     | カソード      |
| 10    | プラズマ形成用ガス |
| 12    | 直流電源      |
| 14    | 永久磁石      |
| 17    | アーク       |

【図1】

本発明を実施したダイヤモンド膜合成装置の構成図



【図2】

本発明を実施したプラズマトーチの構成図

